



## Open Archive Toulouse Archive Ouverte (OATAO)

OATAO is an open access repository that collects the work of Toulouse researchers and makes it freely available over the web where possible.

This is an author-deposited version published in: <http://oatao.univ-toulouse.fr/>  
Eprints ID: 13696

### To cite this version:

Ural, Güralp and Paris, Jean-Yves and Denape, Jean *Rôle des nanoparticules et/ou de nanotubes de carbone sur le comportement en fretting de composites à matrice alumine*. (2009) In: Journées Internationales Francophones de Tribologie, 5 May 2009 - 6 May 2009 (Compiègne, France).

Any correspondence concerning this service should be sent to the repository administrator: [staff-oatao@listes-diff.inp-toulouse.fr](mailto:staff-oatao@listes-diff.inp-toulouse.fr)

# **ROLE DES NANOPARTICULES ET/OU DE NANOTUBES DE CARBONE SUR LE COMPORTEMENT EN FRETTING DE COMPOSITES A MATRICE ALUMINE**

## **ROLE OF NANOPARTICLES AND/OR CARBON NANOTUBES ON THE FRETTING BEHAVIOR OF ALUMINA MATRIX COMPOSITES**

**Güralp Ural, Jean-Yves Paris, Jean Denape**

Laboratoire de Génie de Production, Ecole Nationale d'Ingénieurs de Tarbes  
47 Avenue d'Azereix, BP 1629, 65016 Tarbes - France

### **Résumé**

L'objectif de cette étude est de caractériser, dans des conditions de frottement oscillant de faible amplitude (solicitation de fretting), des composites à matrice alumine contenant des nanoparticules métalliques (FeCr ou Fe) avec ou sans nanotubes de carbone (NTC) et densifiés par frittage flash (Spark Plasma Sintering, SPS). Les essais tribologiques ont été menés sur un dispositif de fretting fonctionnant à débâtements libres : le phénomène de grippage (ou régime de collage) est ainsi directement mis en évidence par une forte réduction de l'amplitude du déplacement et par la fermeture des cycles de fretting. La capacité d'un matériau à différer ce phénomène est évaluée par sa distance totale de glissement.

### **Abstract**

*The present study consists to qualify, under non-lubricated conditions of oscillatory friction (known as fretting), ceramic composites Fe/Cr-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, with/without carbon nanotubes (CNT), densified by Spark Plasma Sintering SPS. The tribological tests were conducted by using an original fretting device, working in open-loop: this running mode directly highlights the phenomenon of seizure by a strong reduction of the displacement amplitude to a few micrometers and by the closing of the fretting cycles. The total sliding distance quantifies the material capacity to differ seizure.*

### **1. INTRODUCTION**

Les composites céramiques à dispersoïdes métalliques, de taille micro et nanométrique, incluant éventuellement des nanotubes de carbone (NTC) sont des matériaux innovants potentiellement intéressants en termes d'amélioration de la fiabilité et de la durée de vie pour des pièces à vocation tribologique devant fonctionner dans des environnements sévères (fortes pressions de contact, milieux chimiquement agressifs) [1].

Le fretting est souvent présenté comme l'une des sollicitations les plus critiques pour de nombreuses applications (assemblages en général, transports, travaux publics, secteur énergétique, connectique, biomédical...) [2]. De fait, le fretting se retrouve fréquemment dans de nombreux organes mécaniques, dont les pièces en contact sont soumises à un environnement vibratoire. Les endommagements observés peuvent aller de l'usure (plus particulièrement dans des conditions de glissement total), ce qui entraîne une prise de jeu et l'intensification du mode vibratoire, à la rupture brutale de l'assemblage (dans des condi-

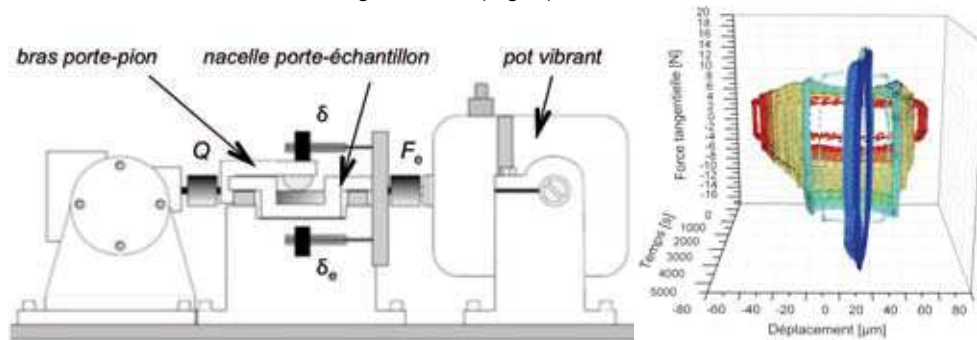
tions de glissement partiel) en passant par le grippage complet avec l'arrêt du déplacement relatif des deux pièces en contact [2, 3].

Les études tribologiques sur les composites contenant des nanoparticules sont peu nombreuses. Elles traitent essentiellement de revêtements à base céramique (Ti-B-N, (W, Ti) C-Co) ou de lubrifiants solides ( $\text{MoS}_2$ ), pour leurs duretés élevées et leurs propriétés anti-usure [4-6]. Quelques travaux concernent les céramiques renforcées avec des nanoparticules céramiques ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ -SiC,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -TiB<sub>2</sub>) ou métalliques ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Ni,  $\text{ZrO}_2$ -Ni,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Fe/Cr) [1, 7-9]. De même, quelques études ont été menées sur des composites à matrice polymère, métal ou céramique incluant des NTC, notamment des composites NTC- $\text{Al}_2\text{O}_3$ , afin d'évaluer leurs propriétés tribologiques [10-14]. La présente étude consiste à étudier des nanocomposites FeCr- $\text{Al}_2\text{O}_3$  et NTC-Fe- $\text{Al}_2\text{O}_3$ , densifiés par frittage flash (*Spark Plasma Sintering* SPS), dans des conditions de fretting non lubrifiées.

## 2. CONDITIONS EXPERIMENTALES

### 2.1 Conditions tribologiques

Le dispositif de fretting utilisé comporte un bras muni d'un frotteur (pion hémisphérique de 20 mm de rayon de courbure) venant en contact avec un échantillon à étudier (disque plat ayant 20 mm en diamètre et 2 mm en épaisseur) solidaire d'une nacelle montée sur quatre plots élastiques (montage sans jeu) et pilotée par un pot vibrant. L'effort normal  $P$  est appliqué par des poids marqués. Des capteurs enregistrent en continu les valeurs du déplacement relatif  $\delta$  et de la force tangentielle  $Q$  (Fig. 1).



**Fig. 1** (a) Dispositif de fretting à débattements libres : position des capteurs de force et de déplacement en entrée ( $F_e$ ,  $\delta_e$ ) et en sortie ( $F_s$ ,  $\delta_s$ ) du contact, (b) évolution des cycles de fretting au cours d'un essai conduisant au grippage : lorsque l'effort tangenciel croît, le débattement se réduit.

(a) *Fretting device under free displacement conditions: location of the force and displacement sensors at entrance ( $F_e$ ,  $\delta_e$ ) and exit of the contact ( $F_s$ ,  $\delta_s$ ), (b) fretting cycles during a test leading to seizure: when tangential force increases, stroke decreases.*

L'originalité du dispositif vient de ce que le mouvement alternatif du pot vibrant n'est pas asservi en déplacement (débattements libres) : le débattement consigne  $\delta_c$  (débattement initial) est choisi en faisant vibrer le pot sans que le disque et le pion se touchent. Le débattement réel  $\delta$  mesuré pendant l'essai, dépend de l'effort tangenciel généré dans le contact : une augmentation de  $Q$  s'accompagne d'une réduction de  $\delta$  et inversement (Fig. 1b). Il évolue donc au cours du temps mais reste systématiquement inférieur au débattement initial. De plus, comme nous l'avons montré dans un précédent article [15], ce débattement mesuré correspond au débattement du contact, compte tenu de la grande rigidité du dispositif (dans la gamme d'efforts appliqués). Ce mode de fonctionnement en boucle ouverte permet l'étude *directe* des phénomènes de grippage (arrêt du mouvement) en plus des études classiques de fretting-usure [14]. Pour la présente étude, le réglage du débattement consigne est inchangé pour tous les essais (même énergie initiale délivrée au pot vibrant) quelle que soit la charge appliquée.

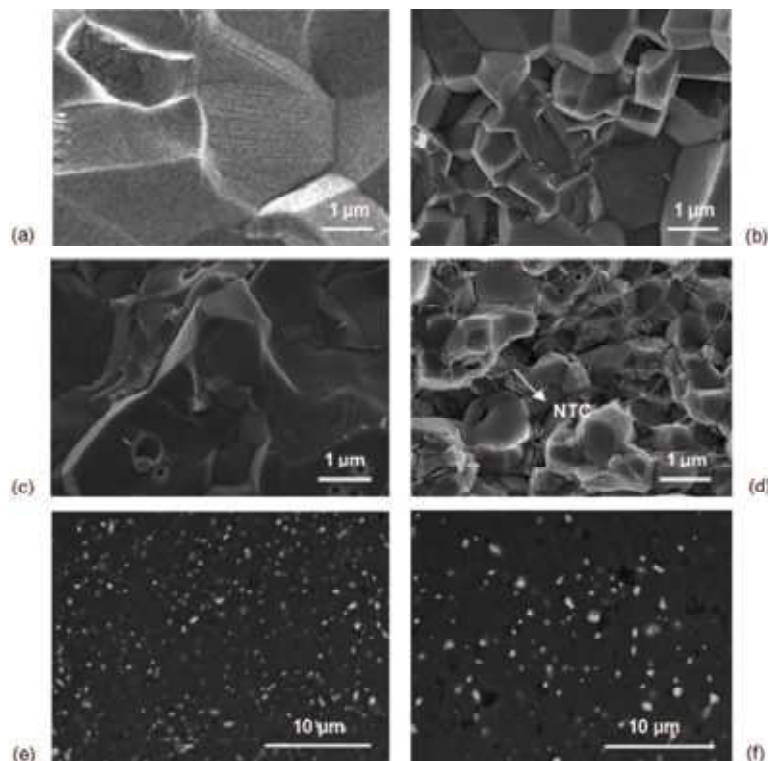
Deux types d'essais de frottement ont été menés, à température ambiante, pour une fréquence constante  $f = 10$  Hz et une amplitude de déplacement consigne  $2\delta_c = 150$   $\mu\text{m}$  :

- des essais à charge croissante qui correspondent à des essais cumulés en charges avec un incrément de la force normale de 3 N tous les 10 000 cycles jusqu'à apparition du grippage (arrêt du déplacement relatif entre les deux pièces en contact) ;
- des essais à charge constante qui se sont déroulés avec une force normale appliquée constante dans un domaine de 12 N à 55 N durant 50 000 cycles.

Quels que soient les essais menés, le diamètre du contact a toujours été supérieur au débattement mesuré, impliquant une zone de recouvrement au centre de la trace d'usure correspondant à une sollicitation de fretting [16].

## 2.2 Matériaux étudiés

Les frotteurs sont des pions en alumine de haute pureté ( $\text{Al}_2\text{O}_3$  à 99,7% et 0,3% de MgO) d'abord mis en forme à partir de poudres par compaction isostatique à froid (CIF) puis densifiés par frittage naturel (FN) à 1700°C pendant 2 heures. Les échantillons composites sont des disques densifiés par frittage flash (SPS) de poudres 7% mass. FeCr- $\text{Al}_2\text{O}_3$  [17] et 4%mass. NTC-7% mass. Fe- $\text{Al}_2\text{O}_3$  [18]. Le traitement de frittage SPS a été réalisé à 1350°C pendant 3 minutes sous une pression de 150 MPa. Un disque en alumine  $\text{Al}_2\text{O}_3$  à 99,7% a aussi été élaboré par SPS : il sera considéré par la suite comme échantillon de référence.



**Fig. 2** (a) Fractographie révélant la microstructure de l'alumine fabriqué par FN (pion), (b) de l'alumine fabriqué par SPS (disque), (c) des composites 7%FeCr- $\text{Al}_2\text{O}_3$ , et (d) 4%NTC-7%Fe- $\text{Al}_2\text{O}_3$ , (e) surfaces polies du composite 7%FeCr- $\text{Al}_2\text{O}_3$ , et (f) 4%NTC-7%Fe- $\text{Al}_2\text{O}_3$ .  
 (a) Fracture surface of alumina densified by conventional sintering (pin), (b) of alumina densified by SPS (disc), (c) of 7%FeCr- $\text{Al}_2\text{O}_3$  et (d) 4%CNT-7%Fe- $\text{Al}_2\text{O}_3$  composites, (e) polished surfaces of 7%FeCr- $\text{Al}_2\text{O}_3$  and (f) 4%CNT-7%Fe- $\text{Al}_2\text{O}_3$  composites.

Les méthodes de frittage utilisées pour chaque matériau et les propriétés correspondantes sont rassemblées dans le Tableau 1. L'échantillon 99,7%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  densifié par SPS

révèle des propriétés mécaniques nettement améliorées par rapport à celles du pion 99,7%  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , de même nature mais élaboré par frittage naturel. Cette différence s'explique par la diminution de la taille des grains grâce à la réduction considérable du temps et de la température de frittage par SPS, limitant ainsi nettement la croissance des grains pendant le frittage (Fig. 2a et 2b). En revanche, pour 7%FeCr- $\text{Al}_2\text{O}_3$ , le taux de densification n'est que de 96,8%, ce qui se traduit par une faible ténacité. Pour 4%NTC-7% Fe- $\text{Al}_2\text{O}_3$ , la taille des grains de la matrice  $\text{Al}_2\text{O}_3$  est nettement plus basse, car les NTC se retrouvent préférentiellement aux joints de grains, ce qui pourrait faciliter une rupture intergranulaire (Fig. 2c et 2d). De plus, la présence de résidus carbonés créés par la détérioration de certains NTC pendant le frittage pourrait expliquer la ténacité relativement faible. Compte tenu du mode de préparation des poudres, les nanoparticules métalliques sont réparties aussi bien dans les grains qu'aux joints de grains. Les images de MEB des surfaces polies montrent une répartition homogène des nanoparticules intergranulaires (Fig. 2e et 2f).

**Tab. 1** Propriétés des matériaux (pion et disques) selon leur composition et leur mode de densification (FN : frittage naturel ; SPS : frittage flash).  
*Materials properties (pin and discs) according to their composition and their densification technique (FN: natural sintering; SPS: spark plasma sintering).*

Matériaux et technique de densification	Taux de densification (%)	Taille de grains ( $\mu\text{m}$ )	Rugosité ( $\mu\text{m}$ )	Contrainte à rupture $\sigma_1$ (MPa)	Ténacité $K_{IC}$ (MPa.m <sup>1/2</sup> )	Dureté Vickers HV <sub>1</sub>
99,7% $\text{Al}_2\text{O}_3$ (pion) FN	98,5	4 – 12	0,035	320 ± 50	5,0 ± 0,2	1570 ± 70
99,7% $\text{Al}_2\text{O}_3$ SPS	100,0	1 – 4	0,024	514 ± 50	5,0 ± 0,2	2010 ± 110
7%FeCr- $\text{Al}_2\text{O}_3$ SPS	96,8	1 – 5	0,025	524 ± 40	3,8 ± 0,3	1697 ± 50
4%NTC-7%Fe- $\text{Al}_2\text{O}_3$ SPS	98,0	0,5 – 1	0,046	480 ± 50	3,7 ± 0,2	1421 ± 70

### 3. RESULTATS ET DISCUSSIONS

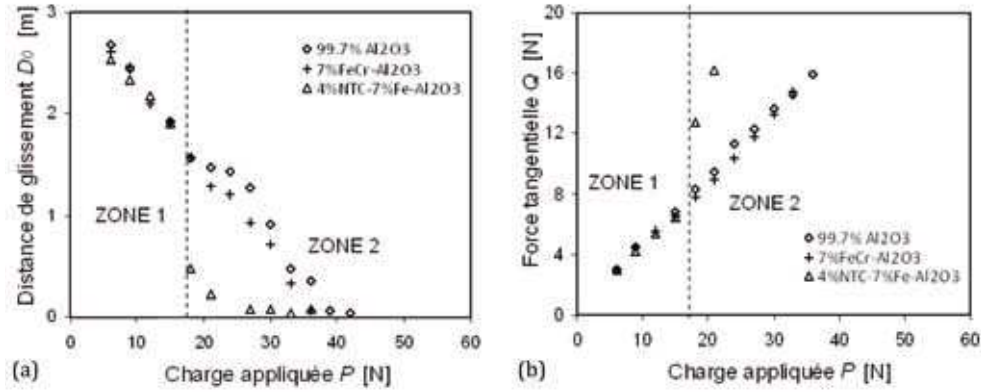
Le mode de fonctionnement particulier du dispositif conduit l'amplitude de déplacement  $\delta$  et donc l'ouverture du cycle  $\delta_0$  (demi-amplitude de déplacement à charge tangentielle nulle) à évoluer pendant la durée de l'essai en fonction du niveau de chargement et des conditions locales (processus d'usure, mouvements de matière dans le contact). La distance totale de glissement  $D_0$  devient alors un paramètre pertinent pour caractériser la capacité de glissement des matériaux en contact. Cette distance est déterminée par la somme des mesures de l'ouverture du cycle  $\delta_0$  au cours de l'essai pour un nombre total de cycles  $N$  :

$$D_0 = 4 \sum_{i=1}^N \delta_0 \quad (1)$$

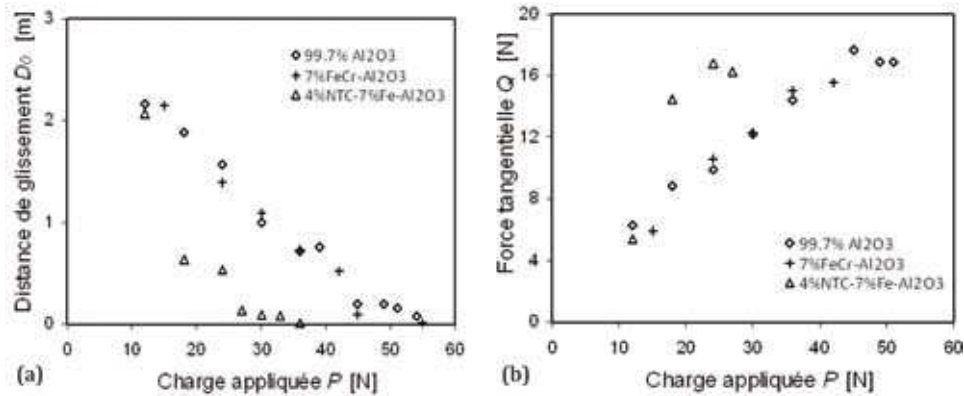
#### 3.1 Essais à charge croissante

Dans ces conditions, les évolutions de la distance de glissement cumulée  $D_0$  et de la force tangentielle  $Q$  en fonction de la charge normale  $P$ , pour l'alumine de référence 99,7%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  SPS et le composite 7%FeCr- $\text{Al}_2\text{O}_3$  sont très proches et linéaires décroissantes jusqu'au grippage (Fig. 3). Le composite 4%NTC-7%Fe- $\text{Al}_2\text{O}_3$  se comporte comme les deux matériaux précédents jusqu'à une charge de 18 N (zone 1) puis montre une chute brutale de la distance  $D_0$  suivi d'un grippage prématuré (zone 2) alors que, dans le même temps, la force tangentielle  $Q$  augmente fortement. La charge critique au grippage  $P_c$  est déterminée en extrapolant la courbe  $D_0(P)$  pour une distance de glissement égale à 0, alors que la pente de la droite  $Q(P)$  donne un coefficient de frottement  $\mu$  moyen. Ainsi, les coefficients de frottement pour l'alumine 99,7% SPS et le composite 7%FeCr- $\text{Al}_2\text{O}_3$  sont constants en fonction de la charge et égaux à 0,42 tandis que leurs charges au grippage sont de l'ordre de 40 N. En revanche, le comportement du composite 4%NTC-7%Fe- $\text{Al}_2\text{O}_3$  n'est pas constant en fonction de la charge. De ce fait, le coefficient de frottement est calculé en prenant la

moyenne des rapports  $Q/P$  avant et après le point de transition à 18 N. Son seuil de grippage est de seulement 24 N (Tab. 2).



**Fig. 3** Essais à charge croissante : évolution (a) de la distance de glissement  $D_0$  et (b) de la force tangentielle  $Q$  en fonction de la charge appliquée  $P$  (déplacement consigne  $2\delta_c = 150 \mu\text{m}$ ).  
Increasing loading tests : relationship between load  $P$  and (a) the sliding distance  $D_0$  and (b) the tangential force  $Q$  for a displacement set-point  $2\delta_c = 150 \mu\text{m}$ .



**Fig. 4** Essais à charge constante : évolution (a) de la distance de glissement  $D_0$  et (b) de la force tangentielle  $Q$  par rapport à la charge appliquée  $P$  (déplacement consigne  $2\delta_c = 150 \mu\text{m}$ ).  
Constant loading tests : (a) sliding distance  $D_0$  and (b) tangential force  $Q$  versus applied load  $P$  for a displacement set-point  $2\delta_c = 150 \mu\text{m}$ .

### 3.2 Essais à charge constante

Les essais à charge constante montrent aussi des évolutions linéaires pour  $D_0$  et  $Q$  avec la charge  $P$  pour les disques 99,7%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  et 7%FeCr- $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Le grippage se produit à des charges critiques plus élevées (de l'ordre de 50 N pour l'alumine 99,7% SPS et le composite 7%FeCr- $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) avec des coefficients de frottement relativement plus faibles (Fig. 4), autrement dit les conditions d'essai à charge constante s'avèrent moins pénalisantes que les conditions d'essai à charge croissante. Cette différence entre les deux modes de chargement se traduit ainsi par une augmentation de 25% pour le seuil de grippage du composite 7%FeCr- $\text{Al}_2\text{O}_3$  et une réduction de 33% du coefficient de frottement de l'alumine 99,7%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  SPS (Tab. 2). La même transition qu'en charge progressive à 18 N avec le composite 4%NTC-7%Fe- $\text{Al}_2\text{O}_3$  est très probable, mais des essais supplémentaires à des charges inférieures à 18 N devraient être effectués pour prouver cette transition.



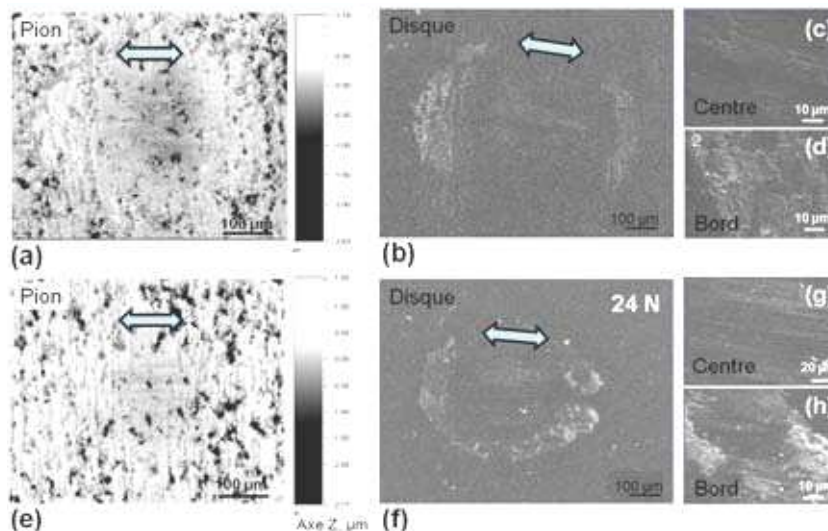
**Tab. 2** Valeurs de coefficient de frottement  $\mu$  et de charge appliquée critique  $P_c$  pour différentes conditions de chargement et un déplacement consigne  $2\delta_c = 150 \mu\text{m}$ .

*Friction coefficient  $\mu$  and critical applied load  $P_c$  values under different loading conditions and a displacement set-point  $2\delta_c = 150 \mu\text{m}$ .*

Type d'essai	Paramètres	99,7% $\text{Al}_2\text{O}_3$	7%FeCr- $\text{Al}_2\text{O}_3$	7%Fe-4%NTC- $\text{Al}_2\text{O}_3$
Charge croissante	$\mu$	0,43	0,42	0,46 / 0,74
	$P_c$ (N)	42	38	24
Charge constante	$\mu$	0,29	0,36	0,45 / 0,70
	$P_c$ (N)	52	49	28

### 3.3 Observations microscopiques

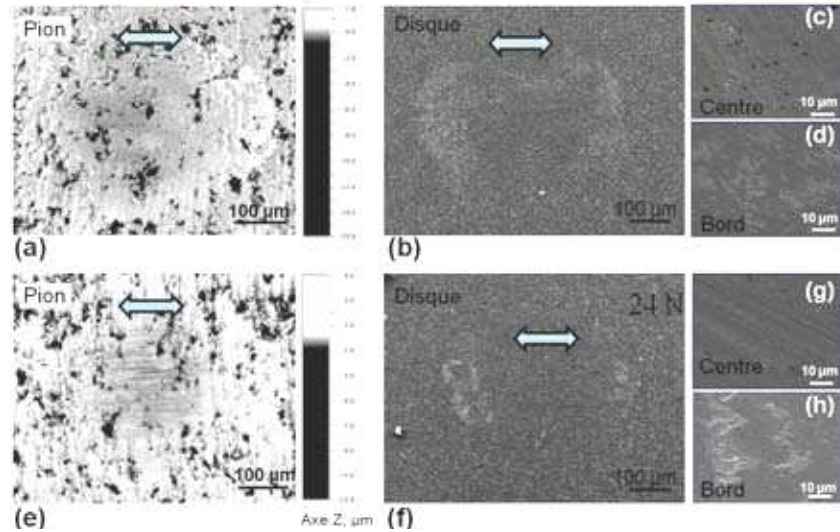
Des observations en profilométrie optique et au MEB ont été conduites à la surface des matériaux (Fig. 5 à 7). Une première constatation est que le mode de chargement (croissant ou constant) ne modifie pas les mécanismes de dégradation. Ainsi, les faciès d'usure après essais à charge croissante sont très similaires de celles après essais à charge constante. Une deuxième constatation montre clairement la différence de comportement de l'alumine 99,7% et du composite 7%FeCr- $\text{Al}_2\text{O}_3$  par rapport au composite 4%NTC-7%Fe- $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Nous allons détailler ces deux points dans les paragraphes suivants.



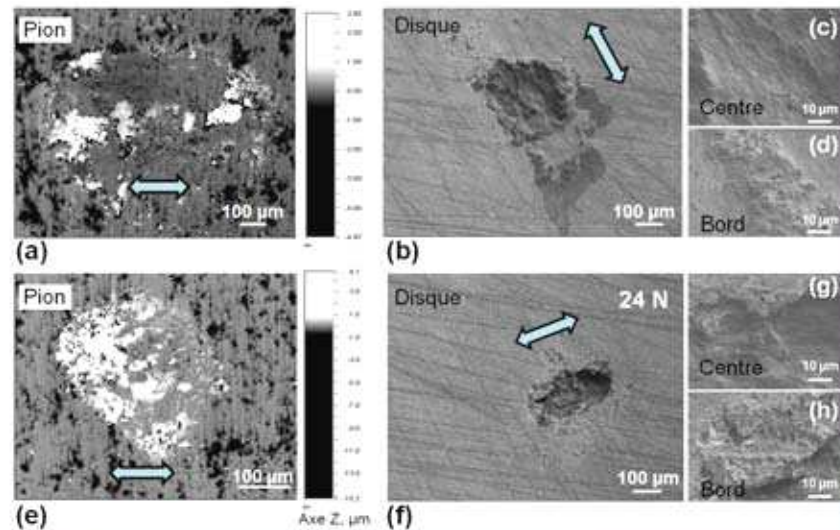
**Fig. 5** Traces de fretting avec l'alumine 99,7% SPS (a, b, c, d) à charge croissante (de 6 N à 42 N) et (e, f, g, h) à charge constante (24 N).

*Fretting scars with alumina 99,7% SPS (a, b, c, d) under increasing loading conditions (from 6 N to 42 N) and (e, f, g, h) under constant loading conditions (24 N).*

Les observations des surfaces des pions (99,7%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  FN) ayant frottés sur l'alumine 99,7% SPS et le composite 7%FeCr- $\text{Al}_2\text{O}_3$  montrent une abrasion plus ou moins marquée avec la présence de fins débris en bordure de trace, mais l'absence de film de débris à l'intérieur de la trace (Fig. 5a, 5e, 6a et 6e). Les disques 99,7%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  SPS et 7%FeCr- $\text{Al}_2\text{O}_3$  présentent également une couronne de débris autour de la trace, mais révèlent un film de débris compacté assez fin ( $< 1 \mu\text{m}$ ), cohésif et adhérent recouvrant en grande partie la surface de contact (Fig. 5b, 5f, 6b et 6f). Ces observations suggèrent une interface de frottement nette avec un mécanisme d'accommodation de vitesse par cisaillement situé entre le troisième corps adhérent au disque et le premier corps constituant le frotteur.



**Fig. 6** Traces de fretting avec le composite 7%FeCr-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (a, b, c, d) à charge croissante (de 6 N à 36 N) et (e, f, g, h) à charge constante (24 N).  
*Fretting scars with 7%FeCr-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite (a, b, c, d) under increasing loading conditions (from 6 N to 36 N) and (e, f, g, h) under constant loading conditions (24 N).*



**Fig. 7** Traces de fretting avec le composite 4%NTC-7%Fe-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (a, b, c, d) à charge croissante (de 6 N à 33 N) et (e, f, g, h) à charge constante (24 N).  
*Fretting scars with 4%NTC-7%Fe-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> composite (a, b, c, d) under increasing loading conditions (from 6 N to 33 N) and (e, f, g, h) under constant loading conditions (24 N).*

Ce mécanisme d'accommodation unique semble s'établir plus facilement à charge constante plutôt qu'à charge croissante (seuils de grippage plus élevés et coefficients de frottement plus faibles).

En revanche, avec le composite 4%NTC-7%Fe-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, les faciès d'usure après ouverture du contact, sur le pion comme sur le disque, montrent une importante quantité de débris piégés à l'intérieur de la trace sous forme d'un film cohésif fragmenté, assez épais ( $\leq 10 \mu\text{m}$ ) et adhérent aux deux premiers corps (pion et disque, Fig. 7). Ces observations révèlent



une interface de frottement moins marquée en raison d'un mécanisme d'accommodation de vitesse toujours par cisaillement, mais cette fois situé au sein même du film de troisième corps. Ce mécanisme se traduit ainsi par des efforts tangentiels plus importants et conduit à un coefficient de frottement plus élevé à partir d'une charge de transition nette, séparant le mécanisme de glissement troisième corps/frotteur (faibles charges), comparable aux autres échantillons, et le mécanisme de cisaillement dans le troisième corps (fortes charges).

### 3.4 Quantification des dégradations

Les relevés topographiques effectués par profilométrie optique des traces d'usure issus des essais à charge constante montrent l'existence de zones de matière manquante  $V^-$  et des zones de matière supplémentaire  $V^+$  par rapport à un plan de référence défini par la surface initiale de l'échantillon. Ainsi, les volumes d'usure du disque  $V_d$  et du pion  $V_p$ , sont définis comme :

$$V_d = V_d^- - V_d^+ \quad \text{et} \quad V_p = V_p^- - V_p^+ \quad (2)$$

Comme dans notre dispositif à débattement libre, les distances de glissement  $D_0$  sont différentes pour chaque charge étudiée, les volumes  $V_d$  et  $V_p$  obtenus pour chaque couple sont normalisés par la distance  $D_0$ , puis comparés. Les valeurs de volumes mesurés pour les charges très proches du seuil de grippage n'ont pas été retenues car les distances de glissement sont très faibles (la moindre usure est alors fortement amplifiée) et les dégradations observées résultent plus de phénomènes d'adhérence (écrasement et collage puis rupture et transfert à l'ouverture du contact) que de frottement (déplacement relatif).

Pour les essais effectués avec l'alumine 99,7% SPS, les valeurs de  $V_d/D_0$  et de  $V_p/D_0$  varient peu entre 12 N et 39 N et sont respectivement de l'ordre de  $-0,8 \cdot 10^{-6} \pm 0,2 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{m}$  pour le disque et de  $16,9 \cdot 10^{-6} \pm 6,5 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{m}$  pour le pion. Ces résultats confirment que l'usure du contact provient essentiellement du frotteur et que l'échantillon est très peu altéré avec présence majoritaire de transferts de matière ( $V_d/D_0 < 0$ ). Aux charges plus élevées, on obtient  $-4,6 \cdot 10^{-6} \pm 2,2 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{m}$  pour le disque et  $12,5 \cdot 10^{-6} \pm 3,5 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{m}$  pour le pion, autrement dit, on constate la formation d'un transfert plus important sur le disque. Ces valeurs de  $V/D_0$  varient relativement peu dans un domaine de charge donné, ce qui montre l'étroite relation entre charge et distance parcourue due au mode de fonctionnement du dispositif : lorsque la charge augmente, la distance diminue proportionnellement.

Le composite 7%FeCr- $\text{Al}_2\text{O}_3$  présente également des valeurs de  $V_d/D_0$  et de  $V_p/D_0$  qui varient peu entre 15 N et 45 N et sont respectivement de l'ordre de  $-2,9 \cdot 10^{-6} \pm 0,8 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{m}$  pour le disque et de  $23 \cdot 10^{-6} \pm 11 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{m}$  pour le pion. Ainsi, l'ajout des nanoparticules FeCr dans la matrice alumine modifie peu le comportement du contact où l'usure du pion est largement majoritaire.

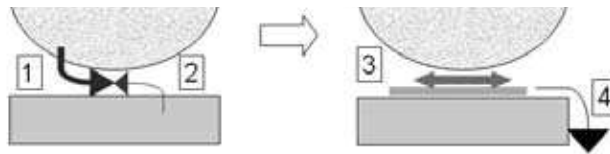
Le composite 4%NTC-7%Fe- $\text{Al}_2\text{O}_3$  donne des résultats similaires à faible charge avec des valeurs de  $V_d/D_0$  et de  $V_p/D_0$  de  $-1,9 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{m}$  pour le disque et de  $3,6 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{m}$  pour le pion à 12 N. En revanche, le composite 4%NTC-7%Fe- $\text{Al}_2\text{O}_3$  est nettement plus dégradé à partir de 18 N ainsi que son frotteur avec des valeurs de l'ordre de  $200 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{m}$  pour le disque et de  $-60 \cdot 10^{-6} \text{ mm}^3/\text{m}$  pour le pion, comme le suggèrent les observations microscopiques. Le comportement du contact est alors inversé : l'usure se produit essentiellement sur l'échantillon et le transfert de matière est mesuré sur le frotteur. L'ajout de NTC dans une matrice Fe- $\text{Al}_2\text{O}_3$  est donc néfaste à sa tenue à l'usure.

### 3.5 Mécanismes de dégradation

Les observations des surfaces frottantes ont établi l'existence d'un film (soit mince, soit épais) de débris compactés dans le contact et d'une couronne de débris éjectés plus pulvérulents à la périphérie du contact. Par ailleurs, les mesures profilométriques ont montré la provenance de ces débris. Les mécanismes d'usure des matériaux étudiés peuvent ainsi se décrire en deux phases successives en accord avec les débits de matière intervenant dans les approches « troisième corps » et « circuit tribologique ». La première phase correspond

à la formation des débris et fait intervenir des débits source de débris alors que la deuxième phase décrit la formation et l'évolution du troisième corps avec le rôle du débit interne et du débit d'usure.

Le scénario d'usure des échantillons 99,7%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  SPS et 7%FeCr- $\text{Al}_2\text{O}_3$  en glissement contre le frotteur 99,7%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  FN est illustré à la Fig. 8. Lors du contact initial, le débit source du frotteur en alumine est plus important que celui des échantillons. Le troisième corps forme une fine couche de débris qui adhère sur le disque, et la zone de glissement se concentre à l'interface troisième corps / frotteur. Ce type d'accommodation limite la dégradation du disque et l'éjection des débris est faible.

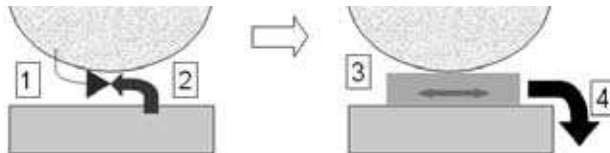


**Fig. 8** Scénario d'usure et débits de matière dans le cas de l'alumine 99,7% SPS et du composite 7%FeCr- $\text{Al}_2\text{O}_3$  face à un frotteur en alumine 99,7% FN :

(a) phase de formation des débris avec débits source du frotteur (1) et de l'échantillon (2), et (b) régime permanent avec débit interne de 3<sup>e</sup> corps (3) et débit d'usure (4).

*Wear process and matter flows in the case of 99,7%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  SPS and 7%FeCr- $\text{Al}_2\text{O}_3$  composite rubbing against 99,7%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  FN slider: (a) phase of debris formation from slider (1) and sample (2) flows and (b) steady state with 3<sup>rd</sup> body flow (3) and wear flow (4).*

Le scénario d'usure pour le composite 7%Fe-4%NTC- $\text{Al}_2\text{O}_3$  est inversé au delà d'une charge critique (Fig. 9) : cette fois, le débit source du disque est beaucoup plus important que celui du frotteur. Le troisième corps est nettement plus épais et adhère aussi bien sur l'échantillon que sur le frotteur. La couche de troisième corps est fortement sollicitée et une importante quantité de débris est éjecté hors du contact engendrant un débit d'usure élevé comparativement aux autres échantillons.



**Fig. 9** Scénario d'usure et débits de matière dans le cas du composite 4%NTC-7%Fe- $\text{Al}_2\text{O}_3$  face à un frotteur en alumine 99,7% FN (même symbolisme que la figure 9).

*Wear process and matter flows in the case of 4%NTC-7%Fe- $\text{Al}_2\text{O}_3$  composite rubbing against 99,7%  $\text{Al}_2\text{O}_3$  FN slider (same symbolism as figure 9).*

#### 4. CONCLUSIONS

L'influence de l'introduction de nanoparticules métalliques (FeCr ou Fe) et des nanotubes de carbone (NTC) dans une matrice alumine a été étudiée en conditions de fretting. Les nanoparticules FeCr ne modifient pas fondamentalement le comportement tribologique par rapport à une alumine pure. Cependant, la présence de NTC aux joints de grains entraîne une élévation importante du coefficient de frottement et de l'usure au-delà d'un seuil de charge. Le rôle lubrifiant attendu initialement avec les NTC est occulté par la fragilisation des joints de grains. Ce phénomène a été corrélé à un changement de sites d'accommodation dans le contact : situé à l'interface troisième corps / pion sans NTC, il migre à l'intérieur du troisième corps en présence de NTC.

## Remerciements

Les auteurs remercient vivement J. Gurt Santanach, G. Chevallier, A. Weibel, A. Peigney, C. Estournès et Ch. Laurent (CIRIMAT, Université de Toulouse) et la Plateforme Nationale CNRS de Frittage Flash (PNF<sup>2</sup>) pour l'élaboration des échantillons et leur assistance scientifique ainsi que Y. Paranthoen (Société des Céramiques Techniques, Bazet) et l'ANR (ANR-06-NANO-049) pour leur soutien.

## 5. REFERENCES

- [1] Stempfle P., Pollet F., Carpentier L., « Influence of intergranular metallic nanoparticles on the fretting wear mechanisms of Fe–Cr–Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanocomposites rubbing on Ti–6Al–4V », *Tribology International*, 41 (2008) 1009-1019.
- [2] Waterhouse R.B., « Fretting-Wear », ASM HANBOOK n°1, *Friction, Lubrication and Wear Technology*, ASM Int. Edit., 242-256 (1992).
- [3] Paulin C, Fouvry S. Deyber S. « Wear kinetics of Ti-6Al-4V under constant and variable fretting sliding conditions » *Wear* 259 (2005) 292-299.
- [4] Rebholz C., Ziegele H., Leyland A., Matthews A., « Structure, mechanical and tribological properties of Ti-B-N and Ti-Al-B-N multiphase thin films produced by electron-beam evaporation », *J. Vac. Sci. Technol. A* 16 Issue 5, (1998) 2851-2857.
- [5] Bodhak S., Basu B., Venkateswaran T., Wook J., Kyung-Hwan J., and Doh-Yeon K., « Mechanical and fretting wear behavior of novel (W, Ti) C–Co cermets », *J. Am. Ceram. Soc.*, 89 Issue 5 (2006) 1639–1651.
- [6] Aouadi S.M., Paudel Y., Simonson W.J., Ge Q., Kohli P., Muratore C., Voevodin A.A., « Tribological investigation of adaptive Mo<sub>2</sub>N/MoS<sub>2</sub>/Ag coatings with high sulfur content », *Surface and Coatings Technology*, 203, Issues 10-11 (2009) 1304-1309.
- [7] Ortiz-Merino J.L., Todd R.I., « Relationship between wear rate, surface pullout and microstructure during abrasive wear of alumina and alumina/SiC nanocomposites », *Acta Materialia*, 53, Issue 12 (2005) 3345-3357.
- [8] Jianxin D., Tongkun C., Lili L., « Self-lubricating behaviors of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/TiB<sub>2</sub> ceramic tools in dry high-speed machining of hardened steel », *Journal of the European Ceramic Society*, 25, Issue 7 (2005) 1073-1079.
- [9] Moya J.S., Lopez-Esteban S., Pecharromán C., « The challenge of ceramic/metal microcomposites and nanocomposites », *Progressing Materials Science*, 52, Issue 7 (2007) 1017-1090.
- [10] Xia Z.H., Lou J., Curtin W.A., « A multiscale experiment on the tribological behavior of aligned carbon nanotube/ceramic composites », *Scripta Materialia*, 58, Issue 3 (2008) 223-226.
- [11] An J.-W., You D.-H., Lim D.-S., « Tribological properties of hot-pressed alumina–CNT composites », *Wear*, 255, Issues 1-6 (2003) 677-681.
- [12] Yamamoto G., Omori M., Yokomizo K., Hashida T., Adachi K., « Structural characterization and frictional properties of carbon nanotube/alumina composites prepared by precursor method », *Materials Science and Engineering B*, 148, Issues 1-3 (2008) 265-269.
- [13] Chen W.X., Tu J.P., Wang L.Y., Gan H.Y., Xu Z.D., Zhang X.B., « Tribological application of carbon nanotubes in a metal-based composite coating and composites », *Carbon*, 41, Issue 2 (2003) 215-222.
- [14] Cai H., Yan F., Xue Q., « Investigation of tribological properties of polyimide/carbon nanotube nanocomposites », *Materials Science and Engineering A*, 364, Issues 1-2 (2004) 94-100.
- [15] Yantio Njankeu Sabeya G.R., Paris J.-Y., Denape J., « Utility of a fretting device working under free displacement » *Tribology International* 42 (2009) 1330–1339.
- [16] Fouvry S. « *Etude quantitative des dégradations en fretting* » Thèse de l'Ecole Centrale de Lyon n°97-04 (1997).
- [17] Devaux X., Laurent Ch., Rousset, A., « Chemical synthesis of metal nanoparticles dispersed in alumina », *Nanostructured Materials*, 2 (1993) 339-346.
- [18] Flahaut E., Peigney A, Laurent Ch., « Double-walled carbon nanotubes in composite powders », *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 3, (2003), 151-158.